

# Citation 3

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-009688

(43)Date of publication of application : 19.01.1993

(51)Int.Cl.

C22F 1/18

(21)Application number : 03-192637 (71)Applicant : KOBE STEEL LTD

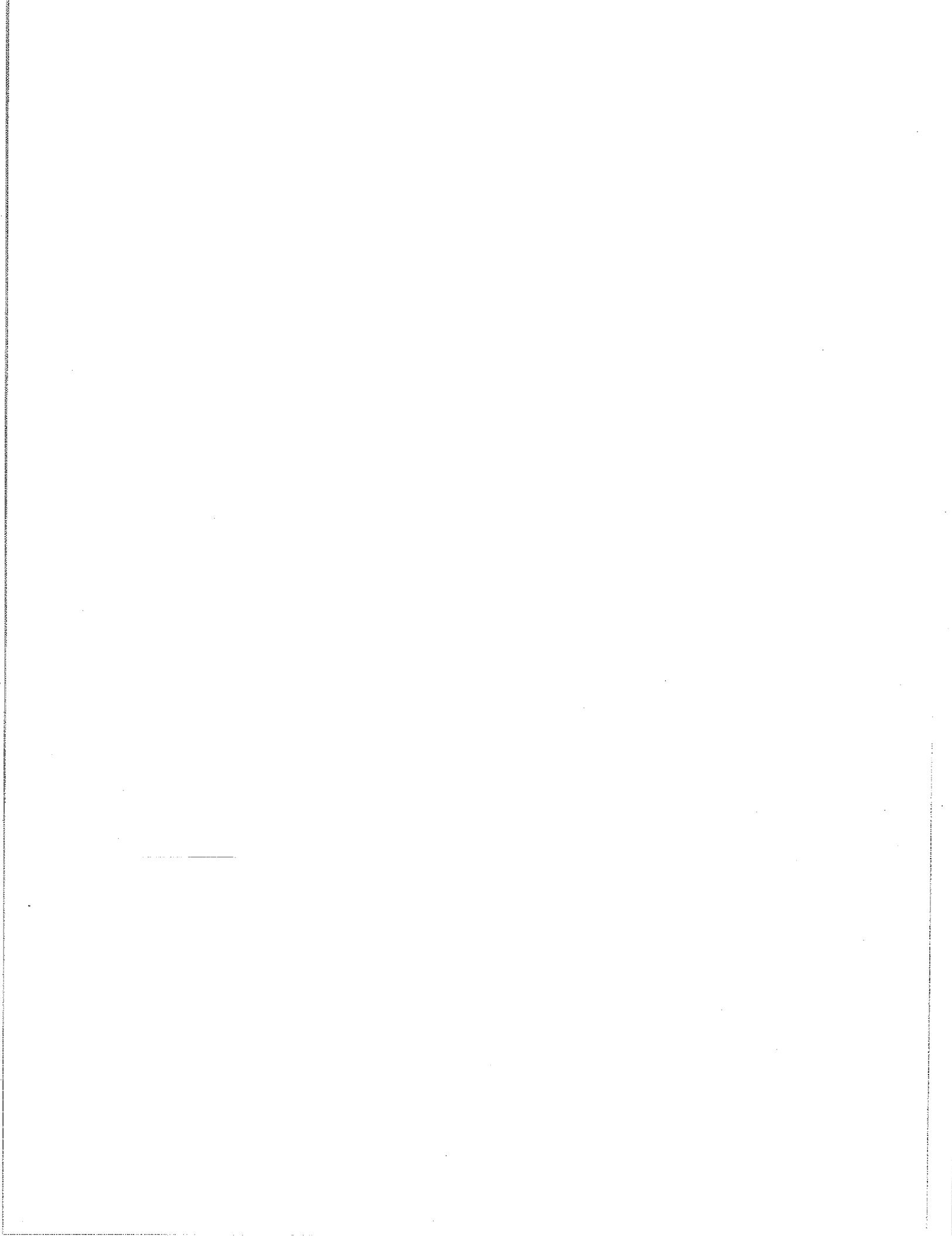
(22)Date of filing : 06.07.1991 (72)Inventor : OKUDA TAKANARI  
KANEHARA MITSUO  
ABE KATSUHIRO

### (54) MANUFACTURE OF ZR ALLOY ROLLED STOCK EXCELLENT IN WORKABILITY

#### (57)Abstract:

**PURPOSE:** To provide a method for manufacturing a Zr alloy rolled stock suitable as a core member such as a pressure tube, a cladding tube and a channel box in a nuclear reactor or a structural member for a reprocessing plant and excellent in corrosion resistance and mechanical properties as well as workability.

**CONSTITUTION:** An  $\alpha + \beta$  type Zr alloy ingot is heated to 1000 to 1100° C, is thereafter subjected to blooming or cogging, at  $\geq 920^\circ$  C, is cooled to  $\leq 600^\circ$  C, is again heated to 700 to 900° C, is subjected to hot rolling of  $\geq 1.3$  forging ratio and is furthermore heated to 920 to 1050° C.



# Citation 3

(19)日本国特許庁 (JP)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-9688

(43)公開日 平成5年(1993)1月19日

(51)Int.Cl.<sup>6</sup>

C 22 F 1/18

識別記号

府内整理番号

E 9157-4K

F I

技術表示箇所

(21)出願番号 特願平3-192637

(22)出願日 平成3年(1991)7月6日

審査請求 未請求 請求項の数1(全4頁)

(71)出願人 000001199

株式会社神戸製鋼所

兵庫県神戸市中央区臨浜町1丁目3番18号

(72)発明者 奥田 隆成

神戸市東灘区北青木2-10-6-E6805

(72)発明者 金原 光男

神戸市西区桜が丘東町4-4-5

(72)発明者 安部 勝洋

神戸市垂水区高丸7-6-17-207

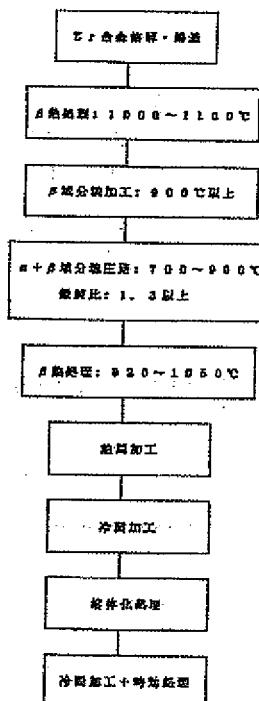
(74)代理人 弁理士 植木 久一

(54)【発明の名称】 加工性に優れたZr合金圧延材の製造方法

### (57)【要約】

【目的】 原子炉における圧力管、燃料被覆管及びチャネルボックス等の炉心部材、又は再処理プラントの構造部材等として好適なZr合金圧延材であって、耐食性及び機械的性質に優れると共に、加工性に優れたZr合金圧延材の製造方法を提供する。

【構成】  $\alpha + \beta$ 型Zr合金鋳塊を1000°C以上1100°C以下に加熱した後、920 °C以上で分塊圧延または分塊鍛造を行い600 °C以下に冷却し、再度700 °C以上900°C以下に加熱して鍛錬比1.3以上の熱間圧延を行い、更に920 °C以上1050°C以下の温度に加熱する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】  $\alpha + \beta$ 型Zr合金鋳塊を1000°C以上1100°C以下に加熱した後、920°C以上で分塊圧延または分塊鍛造を行い600°C以下に冷却し、再度700°C以上900°C以下に加熱して鍛錆比1.3以上の熱間圧延を行い、更に920°C以上1050°C以下の温度に加熱することを特徴とする加工性に優れたZr合金圧延材の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、加工性に優れたZr合金圧延材の製造方法に関し詳細には原子炉における圧力管、燃料被覆管及びチャネルボックス等の炉心部材、又は再処理プラントの構造部材等として好適なZr合金圧延材の製造方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 ジルカロイ-2、ジルカロイ-4等に代表されるZr合金は、中性子吸収断面積が小さいといった特性を有しており、しかも耐食性に優れ、良好な機械的性質を有していることから軽水冷却原子炉や重水型原子炉の炉心部材として用いられている。

【0003】 ところで近年原子力発電においても、経済性的向上が課題のひとつとなっており、原子燃料の燃焼効率を高くしたり、使用期間を延長させる等、燃料の使用条件は厳しくなる傾向にある。

【0004】 そこで耐食性及び機械的性質をさらに向上させることを目的として、Nb等の $\beta$ 相安定化元素をZrに含有させたZr-1.0%Nb合金やZr-2.5%Nb合金が開発され、高性能炉心材料として用いられている。

【0005】 例えば上記Zr-2.5%Nb合金を用いた重水炉圧力管を製造するにあたっては、図1に示すように鋳塊のブレークダウンを目的とした熱間加工を施した後、ミクロ組織を均一とするための熱処理が行われているが、ここでは被加工物の変形抵抗が小さい1000°C以上の $\beta$ 領域温度であって、且つ表面の酸化を抑制できる限度の温度領域が採用されている。

【0006】 この様にして製造されたZr-2.5%Nb合金は、機械的強度が向上する一方でノジュラー腐食等の局部腐食が発生することもないと考えられている。確かにNb等の $\beta$ 相安定化元素を含有させたZr合金は、耐食性及び機械的強度の向上には寄与する。しかしながら熱間加工を1000°C以上の $\beta$ 領域温度で行っているので、蓄積された結晶の歪が解放され、結晶粒の微細化を達成することはできなかった。

【0007】 前記圧力管等の用途に対しては、高耐食性及び高強度であるという特性だけでは不十分であり、最終製品にするための製造段階において、必須の冷間加工工程における加工性が良好であることが不可欠とされており、加工性の改善を目的として結晶粒を微細化する技術が要望されている。

10

## 【0008】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は上記事情に着目してなされたものであって、耐食性及び機械的性質に優れると共に、加工性に優れたZr合金圧延材の製造方法を提供しようとするものである。

## 【0009】

【課題を解決するための手段】 上記目的を達成した本発明とは、 $\alpha + \beta$ 型Zr合金鋳塊を1000°C以上1100°C以下に加熱した後、920°C以上の $\beta$ 域温度で分塊圧延または分塊鍛造を行い600°C以下に冷却し、再度700°C以上900°C以下に加熱して $\alpha + \beta$ 域温度で鍛錆比1.3以上の熱間圧延を行い、更に920°C以上1050°C以下の温度に加熱することを要旨とするものである。

## 【0010】

【作用】 本発明者らは従来の製造方法により得られたZr合金の加工性が不十分であることに鑑み、 $\alpha + \beta$ 型Zr合金の熱間加工について鋭意研究を行った結果、分塊加工材の熱間加工時の加熱温度、鍛錆比及び熱間加工後の $\beta$ 熱処理温度等の製造条件を制御して、Zr合金の結晶粒を微細化できれば加工性が向上することを見い出し、上記製造条件の組み合せを特定することによって本発明を完成させた。本発明に係る製造条件の限定理由を以下に詳述する。

【0011】 热間圧延温度は700°C以上900°C以下とする。700°C未満では変形抵抗の増大及び加工性の低下により鋳塊に割れ等の欠陥が発生し、一方900°Cを超える温度では $\alpha$ 相がすべて $\beta$ 相に変態てしまい、結晶粒の微細化に必要な加工による歪を蓄積することができない。

20

【0012】 加工率は鍛錆比で1.3以上とする。鍛錆比1.3未満の加工率の熱間加工では $\alpha + \beta$ 領域の温度において熱間加工を行っても、結晶粒を微細化するのに必要な加工歪を蓄積することはできない。

【0013】 さらに熱間加工のままである、十分な再結晶が起こらないため結晶粒は熱間加工を行う前と同じであり、熱間加工後に $\beta$ 相領域である920°C以上1050°C以下の温度で加熱することが不可欠である。但し920°C未満の $\alpha + \beta$ 相領域温度では再結晶が起こらないため結晶粒を微細化できず、一方1050°Cを超える温度では再結晶した結晶粒が粗大化してしまう。

40

【0014】 尚 $\alpha + \beta$ 型Zr合金鋳塊を1000°C以上1100°C以下に加熱した後、920°C以上の $\beta$ 域で分塊圧延または分塊鍛造を施すのは、加工性の良くない铸造組織を比較的加工性の良好な $\beta$ 域において加工を施し、組織の微細化を図るためである。

## 【0015】

【実施例】 図1に示す製造工程に従って、アーケ溶解法により直径100mm、長さ200mmのZr-2.5%Nb合金鋳塊を作成した。得られた鋳塊を1050°Cで3時間加熱した後、950°Cで分塊圧延し20mm厚の板材とした。この板

50

材を表Ⅰに示す様に1.1から2の鍛造比で、670℃以上950℃以下の温度で熱間圧延した。次いで900℃以上1100℃以下の温度に加熱して試験片を得た。

【0016】上記試験片について結晶粒の微細化の程度を下記の様に5段階に分けて評価した。即ち結晶粒の平均粒径が5mm以上のものをレベル5、粒径3~5mmをレベル4、粒径3~1mmをレベル3、粒径0.5~1mmをレベル2、粒径0.5mm以下の細粒化が最も進んだものをレベル1とした。結果は表Ⅰに併記する。

【0017】更に上記試験片を室温で圧延し、80%の加工率で圧延した時点における割れの発生の有無により加工性を評価した。結果は表Ⅰに併記する。

【0018】

【表Ⅰ】

	No.	熱間加工温度(℃)	鍛錬比	熱処理温度(℃)	結晶粒平均粒径レベル	加工性60%加工後割れ評価
実施例	1	700	1.3	950	1	無
	2	700	1.5	980	1	無
	3	750	1.3	1000	1	無
	4	800	1.5	1000	1	無
	5	850	1.3	940	1	無
	6	880	1.5	1010	1	無
	7	880	1.5	980	1	無
比較例	8	670	1.5	950	1	割れ発生※
	9	950	1.5	1000	4	割れ発生
	10	750	1.1	1100	5	割れ発生
	11	850	1.2	950	3	割れ発生
	12	750	1.5	900	2	割れ発生

※(熱間加工時に既に割れが生じていた。)

【0019】No. 1~7は本発明に係る製造条件を満足している実施例であり、いずれも結晶粒のレベルが1と微細化されており、加工性に優れている。

【0020】これに対してNo. 8~12は本発明に係る製造条件の1つ以上を満足していない場合の比較例であり、いずれも割れが発生しており加工性が悪い。

【0021】No. 8は熱間加工温度が低過ぎ、No. 9は熱間加工温度が高過ぎる場合の比較例である。No. 10, 11は鍛錬比が小さ過ぎる場合の比較例であり、No. 12は熱処理温度が低過ぎる場合の比較例で

ある。

【0022】

【発明の効果】本発明は以上のように構成されているので、耐食性及び機械的性質に優れると共に、加工性に優れたZr合金圧延材の製造方法が提供できることとなつた。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の製造方法を示す製造工程説明図である。

【図1】

